

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-290923

(43)Date of publication of application : 18.10.1994

(51)Int.Cl.

H01F 1/11
C01G 49/00
C04B 35/26
H01F 41/02

(21)Application number : 05-097191 (71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL
METALS CO LTD
KYUSHU SUMITOKU
DENSHI KK

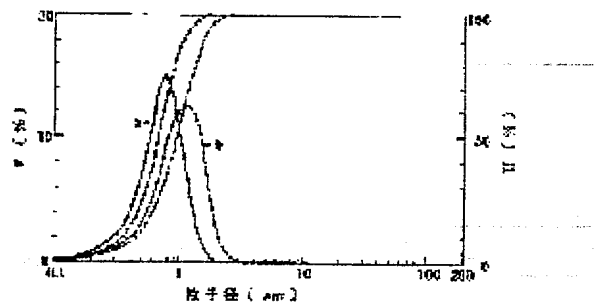
(22)Date of filing : 30.03.1993 (72)Inventor : KANEKO YUJI
ENDO SEIJI
MOTONE TAKAHIRO

(54) MANUFACTURE OF FERRITE MAGNET

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method of manufacturing a ferrite magnet enhanced in magnetic properties through an improved conventional method without depending on a compositional improvement wherein additional elements are added.

CONSTITUTION: Ferrite product obtained through a calcining reaction water solution method is mechanically ground into fine powder 0.2 to 1.5 μ m in average grain diameter, and then the fine powder is thermally treated at temperatures of 600° C to 1100° C for 10 minutes to 10 hours. Thereafter, the fine powder is ground again into powder 0.2 to 1.5 μ m in average grain diameter, whereby ferrite powder is so enhanced in granularity distribution as to have nearly such a uniform grain diameter distribution (solid line a) that single magnetic domain particles 1 μ m or so in diameter are maximal in frequency (number), so that a ferrite magnet can be enhanced in magnetic properties.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.03.2000

[Date of sending the examiner's decision 04.12.2002
of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-290923

(43)公開日 平成 6 年(1994)10月18日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 1/11	A			
C 0 1 G 49/00	C			
C 0 4 B 35/26	A			
H 0 1 F 41/02	G	8019-5E		

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平5-97191

(22)出願日 平成 5 年(1993) 3 月30日

(71)出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 7 番19号

(71)出願人 391027077

九州住特電子株式会社

佐賀県杵島郡大町町大字福母282番地

(72)発明者 金子 裕治

大阪府三島郡島本町江川 2 丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72)発明者 遠藤 政治

佐賀県杵島郡大町町大字福母282番地 九

州住特電子株式会社内

(74)代理人 弁理士 押田 良久

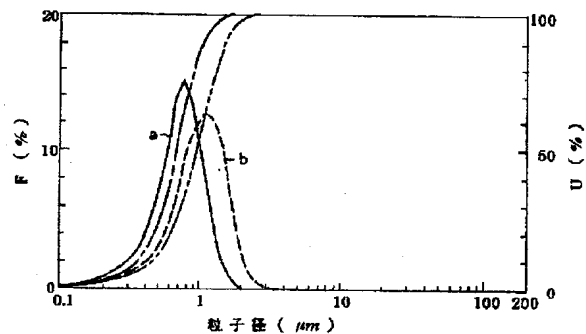
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 フェライト磁石の製造方法

(57)【要約】

【目的】 添加元素等の組成的改善手段に頼ることなく、通常の製造方法の改良により磁気特性の向上を図ったフェライト磁石の製造方法の提供。

【構成】 仮焼反応、水溶液法により得られたフェライト生成物を機械的粉碎で平均粒径 $0.2\mu\text{m}\sim 1.5\mu\text{m}$ の粉末に微粉碎した後、 $600^{\circ}\text{C}\sim 1100^{\circ}\text{C}$ に10分間～10時間の加熱処理を行い、その後、再度平均粒径 $0.2\mu\text{m}\sim 1.5\mu\text{m}$ に微粉碎することにより、フェライト粉末の粒度分布を均一化、すなわち、フェライト結晶の粒径分布(実線a)を約 $1\mu\text{m}$ の単磁区粒子径を最大頻度とする均一な分布に近づけることが可能となり、フェライト磁石の磁気特性を向上させることができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 $MO \cdot nFe_2O_3$ (MはSr, Ba, Pbより選ばれる少なくとも1種の元素、 $n=4.5 \sim 6.5$)の一般式にて表されるフェライト磁石の製造方法において、仮焼反応あるいは水溶液法により得られたフェライト生成物を機械的粉碎法にて平均粒径 $0.2 \sim 1.5 \mu m$ の粉末に粉碎した後、 $600^\circ C \sim 1100^\circ C$ に10分～10時間の加熱処理し、その後再度、機械的粉碎法にて平均粒径 $0.2 \sim 1.5 \mu m$ に粉碎後、成形、焼結することを特徴とするフェライト磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、磁気特性の向上を図ったフェライト磁石の製造方法の改良に係り、2段の微粉碎の間に特定の加熱処理を施して結晶粒径を平均粒径 $0.2 \sim 1.5 \mu m$ の範囲に揃えることにより、フェライト結晶の粒径分布を約 $1 \mu m$ の単磁区粒子径を最大頻度とする均一な分布に近づけて磁気特性の向上を可能にしたフェライト磁石の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 $BaO \cdot 6Fe_2O_3$ 、 $SrO \cdot 6Fe_2O_3$ 等の組成式で示されるフェライト磁石はスピーカ、電装用モーターを初め、各種用途に多量に使用されているが、最近では軽薄短小化の要求が強く、フェライト磁石に対してもより一層の磁気特性の向上が要求されている。一般にフェライト磁石は粉末冶金的手法にて製造され、仮焼反応あるいは水溶液法により得られたフェライト磁石を機械的に粉碎後、所要の添加物を添加配合後、成形、焼結して製造されているが、フェライト磁石の磁気特性を向上させるためには、前記組成物に種々の添加物を添加したり、また各製造工程における諸条件の改良が検討されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】また、フェライト磁石の製造方法として、原料粉末を微粉碎後、焼鈍する方法が提案(特開昭62-283603号公報)されているが、前記方法は樹脂等と混連して得られるボンド磁石用原料粉末に関するもので、微粉碎後の粉末を焼鈍することにより微粉碎により生じた微粉末の歪を取り除くことを目的とするもので、焼鈍時の加熱により個々の粉末粒子が凝集することが問題点として挙げられる。

【0004】この発明は、フェライト磁石に対する磁気特性の向上の要求を、添加元素等の組成的改善手段に頼ることなく、通常の製造方法の改良により実現できるフェライト磁石の製造方法の提供を目的としている。

【0005】

【課題を解決するための手段】発明者らは、添加元素等の組成的手段に頼ることなく、通常の製造方法の改良によりフェライト磁石の磁気特性を向上させることを目的

に検討し、単磁区粒子径である $1 \mu m$ 付近の結晶に粒度分布を揃えることが重要であることに着目し、フェライト磁石の製造工程を種々検討した結果、フェライト粉末は仮焼反応あるいは水溶液法にて得られたフェライト生成物をアトライターやボールミル等の機械的粉碎法によって得られるが、得られる粉末中には実際に目標とする粒度よりもはるかに小さい微粉末や、十分に粉碎されていない粗粉末とが多く混在し、残存する粗粉末を微細化するために、粉碎時間を延長する等の方法が採用されても、結果的には微粉末量が増加し、成形時のヒビ、割れの原因となり、また焼結時の異常粒成長の原因となり好ましくないことより、仮焼反応、水溶液法により得られたフェライト生成物を機械的粉碎で $0.2 \mu m \sim 1.5 \mu m$ の粉末に微粉碎した後、 $600^\circ C \sim 1100^\circ C$ に10分間～10時間の加熱処理を行い、その後、再度 $0.2 \mu m \sim 1.5 \mu m$ に微粉碎することにより、フェライト粉末の粒度分布を均一化できることを知見し、この発明を完成した。

【0006】この発明は、 $MO \cdot nFe_2O_3$ (MはSr, Ba, Pbより選ばれる少なくとも1種の元素、 $n=4.5 \sim 6.5$)の一般式にて表されるフェライト磁石の製造方法において、仮焼反応あるいは水溶液法により得られたフェライト生成物を機械的粉碎法にて平均粒径 $0.2 \sim 1.5 \mu m$ の粉末に粉碎した後、 $600^\circ C \sim 1100^\circ C$ に10分～10時間の加熱処理し、その後再度、機械的粉碎法にて平均粒径 $0.2 \sim 1.5 \mu m$ に粉碎後、成形、焼結することを特徴とするフェライト磁石の製造方法である。

【0007】この発明における機械的粉碎法としては乾式粉碎、湿式粉碎のいずれでもよく、アトライター法、ボールミル法、スタンプミル法、マイクロナイザ法、アトマイズ法等公知の機械的粉碎法が採用され、必要により複数回繰り返すことも可能であるが、作業性、経済性等を考慮して、各条件を設定することが望ましい。

【0008】また、この発明の加熱処理法は、 $0.5 \mu m$ 以下の超微粉末を成長させることを目的とするものであるが、加熱処理温度が $1100^\circ C$ を超えると粉末同士が互いに焼結して緻密化するため、目的とする粒度分布の均一化ができないので好ましくなく、また、 $600^\circ C$ 未満では目的とする超微粉末の成長が行われないので、加熱温度は $600^\circ C \sim 1100^\circ C$ に限定する。加熱時間は加熱温度が低い場合は長時間を必要とし、また温度を高くすると短時間で処理できることより、加熱温度に応じて加熱時間を10分～10時間の範囲より適宜選定する。

【0009】この発明において、成形法は乾式法でも湿式法でもよいが、湿式成形法の方が磁場成形により微粉末が磁場方向に配向しやすく、磁気特性の向上に有効であり、湿式成形法では水への微粉末の懸濁量は40～70%が好ましく、また磁場成形時の磁場は10～15 k

0e、成形圧は $300\text{ kg/cm}^2 \sim 800\text{ kg/cm}^2$ が好ましい。

【0010】

【作用】この発明の製造方法において、機械的粉碎法にて得られたフェライト粉末は目標とする平均粒径 $1\text{ }\mu\text{m}$ の $1/2$ 以下の大きさを有する超微粉末と $1.5\text{ }\mu\text{m}$ 以上の粒径を有する粗粉末が混在しているが、これら粉末を特定の加熱処理条件にて、加熱処理することにより、微粉末が成長して、粒度分布は全体的に粒径の大きい方へ変化して均一度が向上し、さらに加熱処理後の粉末を再度粉碎すると、粗粉末が優先的に粉碎され、粒度分布がより一層向上する作用効果を有し、その結果、得られた粉末を用いて焼結体を製造する場合、磁界中成形により粒子を一方方向に配合させると焼結体の配向度は向上し、さらにフェライト結晶の粒径分布を約 $1\text{ }\mu\text{m}$ の単磁区粒子径を最大頻度とする均一な分布に近づけることが可能となり、磁気特性を向上する。

【0011】

【実施例】

実施例1

$\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SrO}$ モル比が5.9の基本組成を有する如くフェライト原料粉末 SrCO_3 75g、 Fe_2O_3 470gを 1270°C で1時間の仮焼反応により作製した。このフェライト原料粉末を800gに水1lを加えてアトライターにて平均粒径(空気透過法)が $0.7\text{ }\mu\text{m}$ になるまで微粉碎した。粉碎後のスラリーは脱水した後、 800°C に1時間の加熱処理を行った。加熱処理後の粉末平均粒径は $1.2\text{ }\mu\text{m}$ であった。さらにこの粉末500gに所定量の CaO 、 SiO_2 、 Cr_2O_3 および SrO を添加した後、水500ccを加えて再度ボールミルにて平均粒径が $0.65\text{ }\mu\text{m}$ まで粉碎した。そのときの粒度分布を図1に実線aにて示す。このスラリーを 12 kOe の磁場中にて成形圧 500 kg/cm^2 にて、径 $40 \times 10\text{ mm}$ 寸法の成形体を得た後、大気中で 1240°C 、1時間の焼結条件にて焼結体を得た。得られた焼結体の組成、密度、磁気特性を表1に表す。

【0012】実施例2

実施例1と同一のフェライト原料粉末を乾式振動ミルにて平均粒径が $0.8\text{ }\mu\text{m}$ まで微粉碎した後、 1000°C *

*で30分間の加熱処理を行い、加熱処理後の粉末の平均粒径は $1.3\text{ }\mu\text{m}$ であった。さらに、前記粉末に所定量の CaO 、 SiO_2 、 Cr_2O_3 および SrO を添加後、アトライターで平均粒径は $0.7\text{ }\mu\text{m}$ まで微粉碎した後、実施例1と同一の磁場中で湿式成形法焼結条件にて焼結して、焼結体を得た。得られた焼結体の組成、密度、磁気特性を表1に表す。

【0013】実施例3

実施例1のフェライト原料粉末に所定量の CaO 、 SiO_2 、 Al_2O_3 を添加してボールミルにて平均粒径は $0.5\text{ }\mu\text{m}$ まで粉碎した。粉碎後のスラリーは脱水後、 600°C に4時間の加熱処理を行った。加熱処理後の粉末の平均粒径は $1.2\text{ }\mu\text{m}$ であった。さらにこの粉末を再びボールミルで $0.7\text{ }\mu\text{m}$ まで粉碎し、実施例1と同様の方法で焼結体を作製し、組成、密度、磁気特性を測定した。その結果を表1に表す。

【0014】比較例1

実施例1で作製したフェライト原料粉末に所定量の CaO 、 SiO_2 、 Cr_2O_3 および SrO を添加した後、アトライターで平均粒径は $0.65\text{ }\mu\text{m}$ となるよう粉碎した。得られた微粉碎粉の粒度分布を図1に破線bで表す。実施例1と同様に焼結体を作製した。得られた焼結体の組成密度、磁気特性を測定してその結果を表1に示した。

【0015】比較例2

実施例1で作製したフェライト原料粉末を乾式振動ミルにて平均粒径は $0.8\text{ }\mu\text{m}$ まで粉碎し、この粉碎に所定量の CaO 、 SiO_2 、 Cr_2O_3 および SrO を添加後、アトライターで平均粒径は $0.7\text{ }\mu\text{m}$ まで粉碎し、実施例1と同様の方法で焼結体を作製した。得られた焼結体の組成、密度、磁気特性を表1に示す。

【0016】比較例3

実施例1で作製したフェライト原料粉末に所定量の CaO 、 SiO_2 、 Al_2O_3 を添加してボールミルで $0.7\text{ }\mu\text{m}$ まで粉碎し、実施例1と同様に焼結体を作製した。得られた焼結体の組成、密度、磁気特性を表1に示す。

【0017】

【表1】

	成分				モル比 $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{SrO}$	磁気特性				密度 ρ
	CaO	SiO ₂	Cr ₂ O ₃	Al ₂ O ₃		Br (G)	Hc (Oe)	(BH) _{max} (MGOe)	iHc (Oe)	
実施例1	0.45	0.60	0.8	-	5.7	4150	4000	4.15	4100	4.96
実施例2	0.55	0.70	2.0	-	5.5	3950	3830	3.95	4800	4.94
実施例3	0.65	0.60	-	0.5	5.8	4210	3550	4.30	3750	4.98
比較例1	0.45	0.60	0.8	-	5.7	4090	3750	3.98	3900	4.96
比較例2	0.55	0.70	2.0	-	5.7	3890	3740	3.70	4500	4.94
比較例3	0.65	0.60	-	0.5	5.8	4180	3320	4.20	3450	4.98

【0018】図1に明らかなように、2段の微粉碎の間に特定の加熱処理を施すことにより、フェライト結晶の粒径分布を約1 μ mの単磁区粒子径を最大頻度とする均一な分布に近づけることが可能となり、実施例1と比較例1との比較からも明らかなようにこの発明によるフェライト磁石の磁気特性が向上していることが分かる。また、表1に示す実施例2と比較例2、実施例3と比較例との対比に明らかなように、この発明によるフェライト磁石の磁気特性が向上していることが分かる。

【0019】

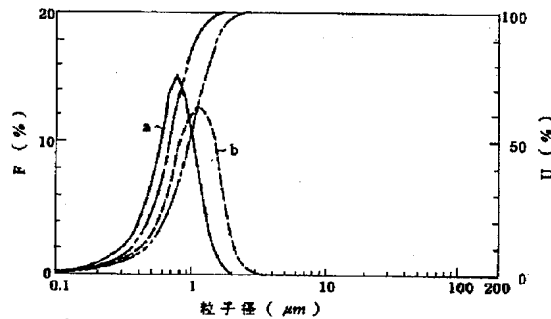
【発明の効果】この発明による製造方法は、仮焼反応、水溶液法により得られたフェライト生成物を機械的粉碎*

＊で0.2 μ m～1.5 μ mの粉末に微粉碎した後、600℃～1100℃に10分間～10時間の加熱処理を行い、その後、再度0.2 μ m～1.5 μ mに微粉碎することにより、フェライト粉末の粒度分布を均一化、すなわち、フェライト結晶の粒径分布を約1 μ mの単磁区粒子径を最大頻度とする均一な分布に近づけることが可能となり、フェライト磁石の磁気特性を向上させることができ、公知の組成的な改善手段を併用すればさらに磁気特性を向上させることができる。

10 【図面の簡単な説明】

【図1】粒度分布を示すグラフである。

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 元根 隆博

佐賀県杵島郡大町町大字福母282番地 九州住特電子株式会社内

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
【部門区分】第7部門第2区分
【発行日】平成13年3月23日(2001.3.23)

【公開番号】特開平6-290923
【公開日】平成6年10月18日(1994.10.18)
【年通号数】公開特許公報6-2910
【出願番号】特願平5-97191
【国際特許分類第7版】

H01F 1/11
C01G 49/00
C04B 35/26
H01F 41/02

【F I】

H01F	1/11	A
C01G	49/00	C
H01F	41/02	G

【手続補正書】

【提出日】平成12年3月30日(2000.3.30)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0003

【補正方法】変更

【補正内容】

【0003】

【発明が解決しようとする課題】また、フェライト磁石の製造方法として、原料粉末を微粉碎後、焼鈍する方法が提案(特開昭62-283603号公報)されているが、前記方法は樹脂等と混練して得られるボンド磁石用原料粉末に関するもので、微粉碎後の粉末を焼鈍することにより微粉碎により生じた微粉末の歪を取り除くことを目的とするもので、焼鈍時の加熱により個々の粉末粒子が凝集することが問題点として挙げられる。